

# EUROPEAN PATENT OFFICE

## Patent Abstracts of Japan

PUBLICATION NUMBER : 06158238  
PUBLICATION DATE : 07-06-94

APPLICATION DATE : 20-11-92  
APPLICATION NUMBER : 04335400

APPLICANT : SUMITOMO SPECIAL METALS CO LTD;

INVENTOR : YAMASHITA OSAMU;

INT.CL. : C22C 38/00 B22F 1/00 B22F 1/02 H01F 1/053 H01F 1/06

TITLE : ALLOY POWDER FOR BOND MAGNET AND ITS PRODUCTION

ABSTRACT : PURPOSE: To produce alloy powder for a bond magnet improved in magnetic properties, by sticking and forming on alloy powder of an  $R_2Fe_{14}B$  phase (R denotes rare earth element including Y) contg. a specified amt. of Co, a liquid phase compound layer contg. R more than the alloy powder.

CONSTITUTION: Main component series alloy powder or an  $R_2Fe_{14}B$  phase main phase essentially consisting of, by atom, 12 to 25% R, 4 to 10% B, 0.1 to 10% Co and 68 to 80% Fe and liquid phase compound powder constituted of 20 to 45% R, 3 to 20% Co and  $\leq 12\%$  B, and the balance Fe are blended and mixed. The liquid phase compounds are ones in which an  $R_2(FeCo)_{14}B$  phase is partially contained in an intermetallic compound phase of Co or Fe and R contg. an  $R_3Co$  phase. By this blending and mixing, the liquid phase compound powder is stuck on the surface of the main component alloy powder grains, and, if required, coating treatment is applied. Next, these are subjected to heat treatment at 700 to 1050°C. In this way, the liquid phase compound layer is stuck and formed on the surface of the main component alloy powder, by which the filling of boundary layers at the time of fine pulverizing and surface defects are recovered to improve its magnetic properties.

COPYRIGHT: (C)1994,JPO&Japio

(19) 日本国特許庁 (J P)

## (12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平6-158238

(43) 公開日 平成6年(1994)6月7日

(51) Int.Cl. <sup>6</sup>	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C 2 2 C 38/00	3 0 3 D			
B 2 2 F 1/00	Y			
1/02	A			
			H 0 1 F 1/04	H
			1/06	A
審査請求 未請求 請求項の数 3 (全 7 頁) 最終頁に続く				

(21) 出願番号	特願平4-335400	(71) 出願人	000183417 住友特殊金属株式会社 大阪府大阪市中央区北浜4丁目7番19号
(22) 出願日	平成4年(1992)11月20日	(72) 発明者	山下 治 大阪府三島郡島本町江川2丁目15-17 住 友特殊金属株式会社山崎製作所内
		(74) 代理人	弁理士 押田 良久

(54) 【発明の名称】 ボンド磁石用合金粉末及びその製造方法

(57) 【要約】

【目的】 微粉砕時の衝撃等による粒界層の脱落や保存時の酸化などにて発生した粉末粒子表面の欠陥を回復させ、磁気特性の向上が可能なボンド磁石用合金粉末とその製造方法の提供。

【構成】  $R_2Fe_{1-x}B$ 相を主相とする主成分系合金粉末の粒子表面に、 $R_2Co$ 相を含むCoまたはFeとRとの金属間化合物相に一部 $R_2(FeCo)_{1-x}B$ 相を含む液相系化合物粉末を、メカノフュージョンシステムあるいはハイブリダイゼーションシステムにより被覆、あるいは微細な粉末粒子を付着させたのち、所要の熱処理を行ない主成分系合金粉末の粒子表面に被覆した液相系化合物を拡散する。

【効果】 主相をなす $R_2Fe_{1-x}B$ 相の逆磁区が発生し易くなった粒子内部のヘアークラックや歪み等の欠陥部や、粉末粒子表面のRリッチ相の脱落や酸化等による粒子表面欠陥箇所を修復して、特に保磁力や減磁曲線の角型性などの磁気特性を向上させる。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 R（但しRはYを含む希土類元素のうち少なくとも1種）12原子%～25原子%、B4原子%～10原子%、Co0.1原子%～10原子%、Fe68原子%～80原子%を主成分とし、 $R_2Fe_{11}B$ 相を主相とする主成分系合金粉末表面に、 $R_2Co$ 相を含むCoまたはFeとRとの金属間化合物相に一部 $R_2(FeCo)$ 相を含む、R（但しRはYを含む希土類元素のうち少なくとも1種）20原子%～45原子%、Co3原子%～20原子%、B12原子%以下、残部Feからなる液相系化合物層が付着または被覆されたことを特徴とするボンド磁石用合金粉末。

【請求項2】 R（但しRはYを含む希土類元素のうち少なくとも1種）12原子%～25原子%、B4原子%～10原子%、Co0.1原子%～10原子%、Fe68原子%～80原子%を主成分とし、 $R_2Fe_{11}B$ 相を主相とする主成分系合金粉末と、 $R_2Co$ 相を含むCoまたはFeとRとの金属間化合物相に一部 $R_2(FeCo)$ 相を含む、R（但しRはYを含む希土類元素のうち少なくとも1種）20原子%～45原子%、Co3原子%～20原子%、B12原子%以下、残部Feからなる液相系化合物粉末とを配合、混合して、主成分系合金粉末粒子表面に液相系化合物粉末を付着させ、さらに700℃～1050℃で熱処理し、該主成分系合金粉末表面に液相系化合物層を付着形成することを特徴とするボンド磁石用合金粉末の製造方法。

【請求項3】 配合、混合したのち、メカノフュージョンシステムあるいはハイブリダイゼーションシステムによる被覆処理を行い、さらに700℃～1050℃で熱処理し、主成分系合金粉末粒子表面に液相系化合物層を付着または被覆することを特徴とする請求項2記載のボンド磁石用合金粉末の製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】 この発明は、R-Fe-B系ボンド磁石用合金粉末とその製造方法に係り、 $R_2Fe_{11}B$ 相を主相とする所定組成の主成分系合金粉末表面に、主成分系合金粉末よりR量が多い液相系化合物層を付着または被覆して、微粉砕時の粒界層の脱落や酸化などに伴う粉末粒子表面の欠陥を回復させ、磁気特性を向上させたボンド磁石用合金粉末及びその製造方法に関する。

## 【0002】

【従来の技術】 今日、家電製品を初め、コンピューターの周辺機器や自動車用の用途に用いられる小型モーターやアクチュエーターなどは、小型化、軽量化、高性能化が求められており、それらに用いる永久磁石についても高磁気特性化が要求されている。従来、上記の永久磁石にはSm-Co系ボンド磁石が用いられていたが、より一層の高磁気特性化を実現するために、最近ではR-Fe-B系ボンド磁石が実用化されつつある。

【0003】 R-Fe-B系ボンド磁石を得る方法としては、所要組成に配合した原料を溶解して合金化し、該合金を1μm～500μm程度に粉砕した粉砕粉をボンド磁石化する方法と、合金溶湯を超音速法（メルトスピニング法）により急冷したのち熱処理を施して、0.3μm以下の微細な結晶粒を析出させた単磁粒子型の等方性磁石粉末をボンド磁石化する方法がある。

## 【0004】

【発明が解決しようとする課題】 しかし、合金溶解、粉砕によるボンド磁石用合金粉末の製造方法には、以下の問題がある。元来R-Fe-B系磁石合金は、ピンニング型のSm-Co系磁石合金（2相分離型）とは異なり、 $R_2Fe_{11}B$ 相の粒子の周囲に希土類元素を多く含有する液相系化合物からなる粒界相（以下Rリッチ相という）が存在することにより保磁力が発生するニュークリエーション型であるために、R-Fe-B系磁石合金を粉末状態にすると該Rリッチ相が脱落したり、また、該Rリッチ相の酸化により、 $R_2Fe_{11}B$ 相の粉末粒子の欠陥部で逆磁区が発生し易くなり、磁気特性が劣化するという現象を起こす。また、粉砕時の衝撃等によっても、 $R_2Fe_{11}B$ 相粒子内部にヘアークラックや歪みが発生し、上記と同様の現象を起こす問題がある。

【0005】 さらに、かかるR-Fe-B系磁石用合金粉末は、酸化しやすくまた成形時の応力によって粒子の割れ、欠損、破損により磁気特性が劣化したり、また熱処理によっても磁気特性が劣化するという問題がある。これらの問題対策として、R-Fe-B系磁性粉末粒子の表面に真空蒸着によりNdの膜を被せた後、さらに酸化防止のために金属膜を真空蒸着により被覆する方法が提案（特開平4-32205号公報）されている。しかし、磁性粉末粒子の表面に真空蒸着法により金属膜を均一に成膜することは困難であり、また、金属膜の付着後に酸化しやすく、さらに生産性にも問題を有しており、合金を粉砕した粉砕粉を原料としたボンド磁石は未だに実用化されていない。

【0006】 この発明は、種々製法で得られたR-Fe-B系磁石合金粉末を微粉砕した合金微粉末をボンド磁石化する製造方法における上記問題の解決を目的とし、微粉砕時の衝撃等による粒界層の脱落や保存時の酸化などによって発生した粉末粒子表面の欠陥を回復させ、磁気特性の向上が可能なボンド磁石用合金粉末とその製造方法の提供を目的としている。

## 【0007】

【課題を解決するための手段】 発明者らは、微粉砕時の衝撃等による粒界層の脱落や保存時の酸化などによって発生した粉末粒子表面の欠陥を回復させ、磁気特性の向上が可能なボンド磁石用合金粉末を目的に種々研究を重ねた結果、R-Fe-B系磁石合金の粉末状態における $R_2Fe_{11}B$ 相の逆磁区が発生し易くなった個所、すなわち、粒子内部のヘアークラックや歪み等の欠陥部を適当

3

な温度で熱処理することにより該欠陥を修復することが可能であることを知見し、さらに、粉末粒子表面のRリッチ相の脱落及び酸化などの粒子表面欠陥箇所を、該Rリッチ相に近似した組成からなる液相系化合物粉末を用いて被覆修復することにより、磁気特性が大幅に回復することを知見し、この発明を完成した。

【0008】すなわち、この発明は、R（但しRはYを含む希土類元素のうち少なくとも1種）12原子%～25原子%、B4原子%～10原子%、Co0.1原子%～1.0原子%、Fe68原子%～80原子%を主成分とし、R<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B相を主相とする主成分系合金粉末表面に、R<sub>2</sub>Co相を含むCoまたはFeとRとの金属間化合物相の一部R<sub>2</sub>(FeCo)<sub>14</sub>B相を含み、R（但しRはYを含む希土類元素のうち少なくとも1種）20原子%～45原子%、Co3原子%～20原子%、B12原子%以下、残部Feからなる液相系化合物層が付着または被覆されたことを特徴とするボンド磁石用合金粉末である。

【0009】また、第2の発明は、上記特定組成を主成分としR<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B相を主相とする主成分系合金粉末と、R<sub>2</sub>Co相を含むCoまたはFeとRとの金属間化合物相の一部R<sub>2</sub>(FeCo)<sub>14</sub>B相を含み、上記特定組成からなる液相系化合物粉末とを配合、混合して、主成分系合金粉末粒子表面に液相系化合物粉末を付着させ、さらに700℃～1050℃で熱処理し、該主成分系合金粉末表面に液相系化合物層を付着させるか、あるいは上記の配合、混合ののち、さらにメカノフュージョンシステムあるいはハイブリダイゼーションシステムによる被覆処理を行い、さらに700℃～1050℃で熱処理し、主成分系合金粉末粒子表面に液相系化合物層を付着または被覆することを特徴とする請求項2記載のボンド磁石用合金粉末の製造方法である。

#### 【0010】組成限定理由

この発明におけるR<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B相を主相とする主成分系合金粉末において、Rは、12原子%未満では合金溶融時に品出するα-Feが増加して磁気特性を劣化させるため好ましくなく、またRが25原子%を超えるとRリッチ相が増加しすぎて残留磁束密度(B<sub>r</sub>)の低下を来し好ましくない。よってRは12原子%から25原子%とする。Bは、4原子%未満では高い保磁力(1Hc)が得られず、10原子%を超えると残留磁束密度(B<sub>r</sub>)が低下するため、Bは4原子%から10原子%とする。Coは、粉末の酸素量を低減させるとともに粉末の温度特性を向上させる効果があるため0.1原子%以上添加するが、10原子%を超える添加は、保磁力を低下させ好ましくないため、Coは0.1原子%～1.0原子%とする。Feは残部を占めるが、Feが68原子%未満では、相対的に希土類元素が多くなって余剰なRリッチ相が増加しすぎて残留磁束密度を低下させ、80原子%を超えると相対的に希土類元素が少なくなり、熱

4

処理時の磁気特性回復が困難になり、さらに減磁曲線の角型性を低下させるため好ましくなく、よってFeは68原子%～80原子%が好ましい範囲である。

【0011】この発明において、R<sub>2</sub>Co相を含むCoまたはFeとRとの金属間化合物相の一部R<sub>2</sub>(FeCo)<sub>14</sub>B相を含む液相系化合物粉末は、R<sub>2</sub>Co相あるいはR<sub>2</sub>Co相のCoの一部をFeで置換された相からなり、例えば、RCo<sub>13</sub>、R<sub>2</sub>Co<sub>7</sub>、RCo<sub>13</sub>、RCo<sub>13</sub>、R<sub>2</sub>Co<sub>13</sub>、R<sub>2</sub>Co<sub>17</sub>、Nd<sub>2</sub>Co<sub>13</sub>、Dy<sub>2</sub>Fe<sub>2</sub>、DyFe<sub>2</sub>等、及び前記金属間化合物相とR<sub>2</sub>(FeCo)<sub>14</sub>B、R<sub>14</sub>(FeCo)<sub>14</sub>B、等からなる合金粉末である。液相系化合物粉末の組成は、前述の如く、目的組成の希土類元素の種類とその量に応じて、金属間化合物の含有希土類元素比率を変化させる。しかし、液相系化合物粉末のRが20原子%未満では、主成分系合金粉末と配合、混合してボンド磁石化する際に、主成分系合金粉末の粒子表面欠陥箇所の修復効果が得られなくなり、また後述する熱処理による表面拡散が充分でなくなるため好ましくなく、また、Rが45原子%を超えると含有酸素量の増加を招き、ひいてはボンド磁石そのものの特性を劣化させるため好ましくない。また、Coは、上述の化合物を構成するために1原子%以上必要であるが、20原子%を超える添加はCoが余剰に存在することとなり、磁気特性を劣化させるため好ましくなく、好ましくは3原子%～20原子%であり、残部はFeで置換できる。さらに、Bは12原子%を超えるとR<sub>2</sub>(FeCo)<sub>14</sub>B相以外にBリッチ相やFe-B化合物が余剰に存在することとなるので好ましくない。

#### 【0012】合金粉末の製造方法

この発明において、主成分系合金粉末及び液相系化合物粉末を得る製造方法としては、溶解・粉化法、超急冷法、直接還元拡散法などの公知の方法を適用することができる。例えば、上記粉末を溶解・粉化法で得るには、アーク溶解、高周波溶解等により、R、Fe、Co、B等の金属またはそれらの合金を、目的組成となるように溶解製造したのち、粉砕することにより所要の平均粒径の粉末にする。なお、粉砕方法には酸素含有削減方法を用いることもでき、また直接粉末を得るためにアトマイズ法を採用することができ、さらには溶解製造した合金塊を溶体化処理することなどもできる。また、直接還元拡散法にて得るには、鉄粉、コバルト粉、フェロポロン粉、希土類酸化物粉等からなる少なくとも1種の金属粉及び/または酸化物粉からなる原料粉を目的組成の希土類元素種類とその量に応じた含有希土類元素比率となるように選定する。さらに、上記原料粉に、金属CaあるいはCaH<sub>2</sub>を上記希土類酸化物粉の還元に必要な化学量論的必要量の1.1～4.0倍(重量比)混合し、不活性ガス雰囲気中で900℃～1200℃に加熱し、得られた反応生成物を水中に投入して反応副生成物を除去することにより、あるいはそれらを必要に応じてさらに

微粉砕することにより所要の平均粒径の粉末が得られる。

【0013】主成分系合金粉末の平均粒径は $3\mu\text{m}$ ～ $500\mu\text{m}$ が好ましく、液相系化合物粉末の平均粒径は $3\mu\text{m}$ ～ $30\mu\text{m}$ が好ましい。すなわち、主成分系合金粉末の平均粒径が $500\mu\text{m}$ を超えると、被覆処理後に行なう成形の際に応力歪みがかり易くなり、表面被覆膜の欠損を招き、磁気特性が劣化するので好ましくなく、平均粒径が $3\mu\text{m}$ 未満では、後述する被覆処理後の熱処理時に表面酸化を起こし易くなり、さらに粒径を小さくするに従って、粉末全体の表面積が増えるために、表面被覆用の液相系化合物粉末の添加量が多くなって磁気特性が低下することになるため、すぐれた磁気特性のボンド磁石を得るためには、主成分系合金粉末を $3\mu\text{m}$ ～ $500\mu\text{m}$ の平均粒径の範囲にすることが好ましい。また、液相系化合物粉末についても主成分系合金粉末と同様に、平均粒径が $30\mu\text{m}$ を超えると、被覆処理後に行なう成形の際に応力歪みがかり易くなり、表面被覆膜の欠損を招き、磁気特性が劣化するので好ましくなく、平均粒径が $3\mu\text{m}$ 未満では、後述する被覆処理後の熱処理時に表面酸化を起こし易くなり好ましくないため、液相系化合物粉末の平均粒径は $3\mu\text{m}$ ～ $30\mu\text{m}$ が好ましい。

#### 【0014】合金粉末の配合

主成分系合金粉末と液相系化合物粉末は、 $80\sim 99:20\sim 1$ の重量比率で配合することが好ましく、配合比率により種々の磁気特性を有する合金粉末を得ることができる。主成分系合金粉末と液相系化合物粉末の重量比率を $80\sim 99:20\sim 1$ とするのは、主成分系合金粉末が $80$ 未満ないしは液相系化合物粉末が $20$ を超えると、ボンド磁石を製造する際に磁石特性を主に決める主成分系合金粉末の体積比率が下がり、磁気特性の特に残留磁束密度が低下するので好ましくなく、また液相系化合物粉末が $1$ 未満ないしは主成分系合金粉末 $99$ を超えると、液相系化合物粉末による主成分系合金粉末粒子の表面被覆、表面拡散が充分でなくなり、磁気特性の特に減磁曲線の角型性の劣化を招くので好ましくない。この発明において、配合した主成分系合金粉末及び/または液相系化合物粉末に以下の添加元素のうち少なくとも1種を添加含有させることにより、得られるボンド磁石の高保磁力化、高耐食性化及び温度特性の改善が可能になる。 $\text{Cu}$  3.5原子%以下、 $\text{S}$  2.5原子%以下、 $\text{Ti}$  4.5原子%以下、 $\text{Ni}$  3.0原子%以下、 $\text{Si}$  1.5.0原子%以下、 $\text{V}$  9.5原子%以下、 $\text{Nb}$  12.5原子%以下、 $\text{Ta}$  10.5原子%以下、 $\text{Cr}$  8.5原子%以下、 $\text{Mo}$  9.5原子%以下、 $\text{W}$  9.5原子%以下、 $\text{Mn}$  3.5原子%以下、 $\text{Al}$  9.5原子%以下、 $\text{Sb}$  2.5原子%以下、 $\text{Ge}$  7.0原子%以下、 $\text{Sn}$  3.5原子%以下、 $\text{Zr}$  5.5原子%以下、 $\text{Hf}$  5.5原子%以下、 $\text{Ca}$  8.5原子%以下、 $\text{Mg}$  8.5原子%以下、

$\text{Sr}$  7.0原子%以下、 $\text{Ba}$  7.0原子%以下、 $\text{Be}$  7.0原子%以下。上述した合金粉末を用いて、高い残留磁束密度と高い保磁力を有するすぐれた $\text{R-Fe-B}$ 系ボンド磁石を得るには、配合後の粉末が、 $\text{R}$  12原子%～25原子%、 $\text{B}$  4原子%～10原子%、 $\text{Co}$  0.1～1.0原子%、残部 $\text{Fe}$ および不可避免的の不純物からなり、必要に応じて上記の添加元素を添加した組成が好ましい。

【0015】この発明において、主成分系合金粉末表面を液相系化合物で被覆するには、公知のいずれの被覆方法も採用できるが、特に均一に被覆するには、メカノフュージョンシステムあるいはハイブリダイゼーションシステムと呼ばれる被覆処理方法やボールミル等を用いることが有効である。メカノフュージョンシステム（メカノフュージョン装置）とは、主要部が高速回転する容器とその内面に固定された半円柱状のアームヘッドからなり、主要部の容器内へ投入された被覆用の液相系化合物粉末と主成分系合金粉末は、遠心力により容器内面に押しつけられ、容器とともに高速回転移動するとともにアームヘッドと容器内面との間で圧縮および剪断等の力学的作用を受ける構造になっており、これが処理時間中に繰り返されて、主成分系合金粉末表面が液相系化合物で被覆される。なお、ハイブリダイゼーションシステムとはメカノフュージョンシステムの別の呼び名であり、基本的な構成は上記のメカノフュージョンシステムと同様である。また、ボールミルにより被覆するには、ステンレス鋼や鉄などからなるボールミル容器に、所要材質、形状のボールと主成分系合金粉末および液相系化合物粉末とを所要量投入し、該容器内を不活性ガスなどで置換したのち、容器を密閉して該ボールを所要時間回転させることにより、主成分系合金粉末表面が液相系化合物で被覆される。

【0016】上述したメカノフュージョンシステムによる主成分系合金粉末への液相系化合物の被覆厚みは、 $0.1\mu\text{m}$ 未満では被覆処理後の酸化等による被覆の欠損及び破損による磁気特性の劣化を招く恐れがあり、また $10\mu\text{m}$ を超えるとボンド磁石用合金粉末中の主成分系合金粉末に対する液相系化合物の重量比が多くなってしまい、残留磁束密度を低下させることになるので、被覆処理厚みは $0.1\mu\text{m}$ ～ $10\mu\text{m}$ の範囲が好ましい。また、この発明による被覆処理において、処理後の個々の主成分系合金粉末粒子に液相系化合物が全体を覆うように均一に被覆されていることが最も好ましいが、後述する熱処理により表面を拡散させるので、主成分系合金粉末粒子に液相系化合物粉末が付着した状態であっても差し支えない。

【0017】この発明において、上記主成分系合金粉末と液相系化合物粉末とを配合、混合して主成分系合金粉末粒子表面に液相系化合物粉末を付着させた後に行なう熱処理は、付着した液相系化合物粉末を拡散させて液相

系化合物層を形成させ、磁気特性の回復を促進させるとともに、被覆表面の酸化を防止するために有効である。また、上述したメカノフュージョンシステムあるいはハイブリダイゼーションシステムによる被覆処理後に行なう熱処理は、被覆した液相系化合物を拡散させて被覆効果である磁気特性の回復をより促進させるとともに、被覆表面の酸化を防止するために有効である。かかる熱処理温度は、700℃未満では十分な表面拡散が行なえず、磁気特性の回復が十分でなくなるため好ましくなく、また1050℃を超えると粉末が焼結してしまい、後の成形工程で支障を来すので好ましくない。熱処理時間については、被覆処理厚み等に応じて、最適な時間を適宜選定することが望ましい。また、熱処理雰囲気は、被覆処理表面の酸化を防止するために、不活性ガスや真空などの雰囲気好ましく、適当な圧力条件にて熱処理を行なうことが好ましい。

【0018】

【作用】この発明は、 $R_1Fe_{1-x}B_x$ 相を主相とする主成分系合金粉末の粒子表面に、 $R_2Co$ 相を含むCoまたはFeとRとの金属間化合物相の一部 $R_1(R_2FeCo)$ 相を含む液相系化合物粉末を、メカノフュージョンシステムにより被覆、あるいは微細な粉末粒子を付着させたのち、所要の熱処理を行って主成分系合金粉末の粒子表面に被覆した液相系化合物を拡散することにより、本系合金粉末の主相である $R_1Fe_{1-x}B_x$ 相の欠陥部やリッチ相の脱落や酸化による粒子表面欠陥箇所を修復して、特に保磁力や減磁曲線の角型性などの磁気特性を向上させることができる。また、この発明によるボンド磁石用合金粉末は、主成分系合金粉末に異方性の焼結体を粉砕したものをを用いた場合には、異方性ボンド磁石用合金粉末が得られ、また、溶製合金を粉砕したもので、溶製合金中の結晶の粒径よりも大きい粉末粒子を用いた場合には等方性ボンド磁石用合金粉末が得られる。

【0019】

【実施例】

実施例

主成分系合金粉末として、 $Nd_{0.9}Pr_{0.1}Dy_{0.1}B_{0.1}Co_{0.1}Mo_{0.1}$ 、残部Fe及び不可避免の不純物からなる合金をArガス中で高周波加熱溶解にて得たのち、該合金を粉砕して平均粒径約15 $\mu m$ の粗粉砕粉を得て、さらに該粗粉砕粉をジェットミル粉砕により微粉砕して

微粉砕粉を得た。上記の微粉砕粉を15kOeの磁場中でプレス成形後、焼結を行なった後、さらにジョークラッシャーとディスクミルにより粉砕して、平均粒径105 $\mu m$ の異方性の主成分系合金粉末を得た。また、液相系化合物粉末として、 $Nd_{0.9}Pr_{0.1}Dy_{0.1}B_{0.1}Co_{0.1}Mo_{0.1}$ 、残部Fe及び不可避免の不純物からなる合金をArガス中で高周波加熱溶解にて得たのち、該合金を粉砕して平均粒径約14 $\mu m$ の液相系化合物粉末を得た。

【0020】上記の主成分系合金粉末と液相系化合物粉末を重量比率92:4:7:6の割合で配合、混合し、該混合粉末をメカノフュージョン装置（ホソカワミクロン社製AM-20FV）の容器内に投入し、アルゴンガスを封入した後、運転中アームヘッドの温度が50℃以下になるように水冷制御を行ないながら、回転数700rpmで3時間保持した。メカノフュージョン装置により被覆処理を行なった粉末を電子顕微鏡で観察した結果、主成分系合金粉末の粒子表面に液相系化合物の微細粒子がかなり密に付着していることを確認した。次に、この原料粉末を $3 \times 10^{-6}$ Torrの真空雰囲気中にて、950℃×2時間の熱処理（実施例試料番号1）と、1000℃×2時間の熱処理（実施例試料番号2）を施した2種類の本発明によるボンド磁石用合金粉末を得た。熱処理後の粉末は、少し焼き締まっているが、乳鉢で簡単に粉末状に解砕することができた。得られた本発明によるボンド磁石用合金粉末の磁気特性を表1に示す。

【0021】比較例

上記実施例の主成分系合金粉末に液相系化合物粉末を添加せずに、実施例と同条件でメカノフュージョン処理を行ない、さらに実施例と同条件で熱処理を施した2種類のボンド磁石用合金粉末（比較例試料番号3、4）を得た。得られた比較例によるボンド磁石用合金粉末の磁気特性を実施例と共に表1に示す。また、実施例にて得られた本発明による試料番号2のボンド磁石用合金粉末と、比較例による試料番号4のボンド磁石用合金粉末の減磁曲線（第2象限）を図1に示す。なお、図1に示す減磁曲線の磁束密度は、角型性を比較するため、相対値（ $B/B_r$ ）で表している。

【0022】

【表1】

	試料 番号	液相系粉末 添加含有量 (wt%)	熱処理温度 (°C)	粉末磁気特性			
				4πIs (kG)	Br (kG)	IHc (kOe)	Hk (kOe)
本 発 明	1	7.6	950	10.2	9.5	8.8	9.2
	2	7.6	1000	9.8	9.2	9.4	8.4
従 来 例	3	0	950	10.9	9.1	7.1	1.5
	4	0	1000	10.3	8.8	7.5	1.8

【0023】表1から明らかなように、主成分系合金粉末を液相系化合物粉末で被覆した本発明によるボンド磁石用合金粉末は、比較例の合金粉末に比べて、残留磁束密度(Br)、保磁力(IHc)及び減磁曲線の角型性(Hk)共にすぐれており、特に減磁曲線の角型性(Hk)については、図1に示す減磁曲線からも明らかなように、従来のボンド磁石用合金粉末では得られなかった角型性を有することがわかる。以上の結果から明らかなように、この発明によるボンド磁石用合金粉末は、主成分系合金粉末を液相系化合物粉末で被覆して、さらに熱処理により該液相系化合物粉末を拡散させたことにより、本合金粉末の主相であるR<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B相の欠陥部やRリッチ相の脱落や酸化による粒子表面欠陥箇所を修復して、特に保磁力(IHc)及び減磁曲線の角型性(Hk)を回復させることができる。

【0024】

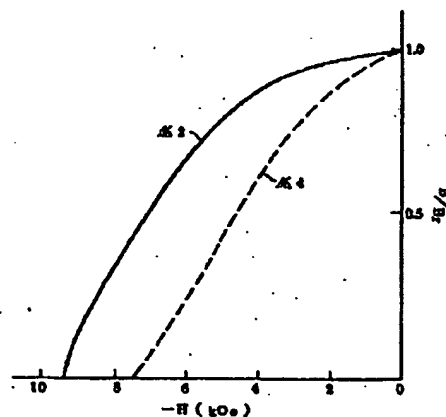
【発明の効果】この発明は、R<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B相を主相とする主成分系合金粉末の粒子表面に、R<sub>2</sub>Co相を含むC

oまたはFeとRとの金属間化合物相に一部R<sub>2</sub>(FeCo) : B相を含む液相系化合物粉末を、メカノフュージョンシステムあるいはハイブリダイゼーションシステムにより被覆、あるいは微細な粉末粒子を付着させたのち、所要の熱処理を行ない主成分系合金粉末の粒子表面に被覆した液相系化合物を拡散することにより、本合金粉末の主相をなすR<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B相の逆磁区が発生し易くなった箇所、すなわち粒子内部のヘアークラックや歪み等の欠陥部や、粉末粒子表面のRリッチ相の脱落や酸化等による粒子表面欠陥箇所を修復して、特に保磁力や減磁曲線の角型性などの磁気特性を向上させたすぐれた特性を有するボンド磁石用合金粉及びその製造方法を提供することができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】磁気特性の減磁曲線(第2象限)の角型性(Hk)を示すグラフであり、実線は実施例における本発明合金試料番号2の場合、破線は実施例における比較例合金試料番号4の場合を示す。

【図1】



(7)

特開平6-158238

フロントページの続き

(51) Int. Cl. \*

H01F 1/053  
1/06

識別記号

庁内整理番号

F 1

技術表示箇所